

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

REC'D 13 JAN 2005

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 103 59 508.2

Anmeldetag: 18. Dezember 2003

Anmelder/Inhaber: Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der
angewandten Forschung eV, 80686 München/DE

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zum Magnetronsputtern

IPC: C 23 C 14/35

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 16. Dezember 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Faust

**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Patentanmeldung:**Verfahren und Vorrichtung zum Magnetronsputtern****Anmelderin:****Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten
Forschung e.V.**

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Magnetronsputtern. Diese Techniken werden zur Abscheidung von Funktions- und Veredelungsschichten verwendet. Magnetronsputtertechniken werden bereits in
10 großem Maßstab, beispielsweise für die Beschichtung von Architekturglas, in der industriellen Fertigung eingesetzt.

Von besonderer technischer Bedeutung sind Beschichtungsprozesse, bei welchen die Beschichtung aus mehreren chemischen Elementen zusammengesetzt ist. Als
15 Beispiel sei Titandioxid genannt. Bei solchen Beschichtungsprozessen wird oftmals die metallische Komponente durch Zerstäuben eines metallischen Targets bereitgestellt. Die weitere Schichtkomponente wird gasförmig in die Prozesskammer eingeleitet. Bei diesen sogenannten
20 reaktiven Beschichtungsprozessen können hohe Beschichtungsraten und optimale Schichtqualität nur dann erreicht werden, wenn der Prozess im Bereich instabiler Arbeitspunkte betrieben wird. Dieser sogenannte Transition Mode zeichnet sich dadurch aus, dass die Reaktivgaszufuhr
25 einerseits groß genug ist um eine ausreichende Menge an Reaktivgas für die Schichtabscheidung bereit zu stellen. Andererseits ist die zugeführte Menge an Reaktivgas jedoch

so gering, dass eine Kontamination des Sputtertargets mit Reaktivgas vermieden wird. Gleichbleibende Qualität und Reproduzierbarkeit der Beschichtung setzen gerade bei diesen instabilen Arbeitspunkten den Betrieb der
5 Magnetronsputteranlage mit Hilfe komplexer Regelschleifen voraus.

Magnetronsputterquellen lassen sich nach dem Stand der Technik durch die zugeführte elektrische Leistung oder den Reaktivgasfluss beeinflussen. Das notwendige Regelsignal
10 kann durch Messung verschiedener Parameter erhalten werden. So wird beispielsweise in der EP 1 232 293 B1 vorgeschlagen, den Oberwellenanteil der elektrischen Parameter der Entladung als Regelgröße zu verwenden.

Aus der EP 0 795 623 A1 ist bekannt, den Partialdruck von
15 Reaktivgasen mit geeigneten Sonden zu bestimmen. So kann beispielsweise der mit einer Lamda-Sonde gemessene Sauerstoffpartialdruck als Regelgröße verwendet werden. Aus J. Affinito et al., J. Vac. Sci. Technol. A 2 (1984), S. 1275-1284 ist bekannt, eine Magnetronsputterquelle durch
20 Messung der Plasmaimpedanz zu regeln. Die Dissertation von J. Strümpfel, „Prozessstabilisierung beim reaktiven Hochratenzerstäuben mittels optischer Emissionsspektroskopie zur industriellen Herstellung von Indium-Zinn-Oxidschichten und Titandioxidschichten“, Chemnitz 1991, beschreibt als
25 weitere Möglichkeit die Messung der Intensität ausgewählter Spektrallinien des Plasmas der Magnetronsputterquellen.

Weiterhin ist die Abscheiderate einer Magnetron-Sputterquelle, welche im instabilen Übergangsbereich betrieben wird, nicht absolut bekannt. Daher müssen die
30 Schichtdicken der hergestellten Schichten auf dem Substrat nach der Abscheidung bestimmt werden. In erster Linie werden

hierzu optische Messungen wie Fotometrie oder Ellipsometrie verwendet.

Um eine gleichbleibende Schichtqualität, einen gleichbleibenden Schichtaufbau und eine gleichbleibende Schichtdicke zu gewährleisten, ist der beschriebene apparative Aufwand für jede einzelne Sputterquelle einer Beschichtungsanlage, notwendig. Hieraus resultieren zum einen hohe Kosten in Anschaffung und Betrieb der Beschichtungsanlage als auch eine große Störanfälligkeit. Dies gilt insbesondere für große In-linesysteme.

In solchen In-linesystemen wird die Beschichtung von Stahlbandsubstraten oder Architekturglas im Durchlaufverfahren großtechnisch durchgeführt. Solche Beschichtungsanlagen verfügen über eine große Anzahl von Magnetron-Sputterquellen. Typisch sind hierbei zwanzig bis etwa dreißig Quellen, es sind jedoch auch Anlagen mit bis zu sechzig Magnetron-Sputterquellen im Einsatz. Entscheidend für die industrielle Fertigung ist dabei das Zusammenspiel all dieser einzelnen Sputterquellen, wobei häufig mehrere Quellen ein und das selbe Material abscheiden. Nur durch sehr großen Aufwand ist es dabei möglich, dass alle Quellen im Hinblick auf Schichteigenschaften, Beschichtungsrate und Homogenität identische Ergebnisse liefern.

Eine optische Messung der Schichteigenschaften nach jeder Sputterquelle erweist sich als außerordentlich schwierig. Neben hohen Kosten macht insbesondere die hohe Störanfälligkeit dieses Gesamtsystems, welches eine Vielzahl optischer Messsysteme aufweist, solche Verfahren in der Praxis nicht anwendbar.

- Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, eine Sputterquelle anzugeben, welche ohne Kontrolle der abgeschiedenen Schicht und ohne aufwändige Regelschleifen die Abscheidung von Schichten mit definierten Eigenschaften und mit definierten Beschichtungsraten ermöglicht. Weiterhin besteht die Aufgabe darin, eine Sputterquelle anzugeben, welche für hochbrechende Materialien wie Titandioxid eine im Vergleich zum Stand der Technik erhöhte Beschichtungsrate aufweist.
- 10 Die Aufgabe wird gelöst durch eine Magnetronbeschichtungsanlage gemäß dem unabhängigen Anspruch eins und einem Verfahren zur Abscheidung dünner Schichten gemäß dem unabhängigen Anspruch sieben. Bevorzugte Ausgestaltungen finden sich in den jeweiligen Unteransprüchen.
- 15 Die erfindungsgemäße Magnetronbeschichtungsanlage besteht aus einer ersten Beschichtungsquelle, einem Hilfssubstrat, welches zwischen dieser ersten Beschichtungsquelle und dem Bereich, welcher zur Aufnahme des zu beschichtenden Substrates vorgesehen ist, angeordnet ist, so wie einem
- 20 Magnetron. Dabei sind Mittel zur Bestimmung der Massenbelegung dieses Hilfssubstrates vorgesehen und das Hilfssubstrat bildet eine Kathode für das genannte Magnetron.
- 25 Zur Abscheidung einer Schicht auf einen Substrat wird demnach zunächst mittels der ersten Beschichtungsquelle eine Schicht mit bekannter Abscheiderate auf ein Hilfssubstrat abgeschieden. Dieses Hilfssubstrat dient nun als Sputterkathode zur Beschichtung des Substrates mittels des Magnetrons. Dabei kann selbstverständlich nicht nur die auf
- 30 das Hilfssubstrat abgeschiedene Schicht abgetragen werden, sondern auch das Material des Hilfssubstrates selbst. Beide

Materialien bilden in diesem Fall, gegebenenfalls zusammen mit einer gasförmig zugeführten Komponente, die endgültige Schicht auf dem Substrat.

Nach der Bestimmung der Massenbelegung des Hilfssubstrates kann die Massenbelegung des Substrates aus der Massenbilanz des Hilfssubstrats bestimmt werden. Als erste Beschichtungsquelle eignet sich z.B. ein planares Magnetron, eine lineare Ionenquelle, welche ein Target zerstäubt oder Xenon oder Krypton implantiert, eine Linearquelle, die auf dem Prinzip der Laser-Ablation aufbaut oder eine lineare Verdampfungsquelle.

Vorzugsweise ist das Hilfssubstrat als rotierender, zylindrischer Körper ausgeführt. Somit können diejenigen Flächen, welche der ersten Beschichtungsquelle zugewandt sind kontinuierlich mit einer Beschichtung versehen werden während gleichzeitig diejenigen Flächenelemente, welche dem Substrat zugewandt sind, kontinuierlich als Sputterkathode zur Beschichtung des Substrates zur Verfügung stehen. Das Hilfssubstrat ist demnach Bestandteil eines Stabkathodenmagnetrons. Das zylinderförmige Hilfssubstrat kann im Innenbereich hohl sein und damit rohrförmig oder aber als massiver Stab ausgeführt werden. Durch die Rotation des Hilfssubstrates wird das vom ersten Magnetron abgesputterte Material kontinuierlich zum Substrat transportiert und dort abgeschieden.

In einer besonders vorteilhaften Ausführung handelt es sich bei der ersten Beschichtungsquelle um ein planares Magnetron. Dabei wird dieses erste Magnetron in einer reinen Schutzgasatmosphäre betrieben. Somit kann die Beschichtungsrate aus der bekannten Sputterrate sowie aus den elektrischen Entladungsparametern absolut bestimmt werden.

Wird nun das zweite Magnetron mit Reaktivgas oder einer Mischung aus Inert- und Reaktivgas betrieben, so kann die Beschichtungsrate des Substrates aufgrund des stets veränderlichen Reaktivgaspartialdrucks an dieser Stelle nur
5 unzureichend quantifiziert werden. Nach der Bestimmung der Massenbelegung am Hilfssubstrat kann jedoch die Beschichtungsrate des Substrates aus der Massenbilanz des Hilfssubstrates absolut bestimmt werden.

Fallweise kann die erste Beschichtungsquelle in einer
10 Abschirmung angeordnet sein, um das Eindringen von Reaktivgaskomponenten, welche die Beschichtungsquelle verunreinigen würden, zu verhindern.

Vorteilhaft wird die Massenbelegung des Hilfssubstrates mittel Röntgenfloreszenz bestimmt. Insgesamt kann auf diese
15 Weise die Beschichtungsrate des Substrates mit einem Fehler von weniger als 0.1% bestimmt werden.

Als Inertgas zum Betrieb des ersten Magnetrons eignet sich insbesondere Argon. Dieses ist ohne großen technischen Aufwand und kostengünstig verfügbar. Darüber hinaus weist
20 Argon als Edelgas ein hohes Ionisierungspotential auf und bleibt auch bei hohen Temperaturen inert. Als Reaktivgas eignet sich insbesondere Stickstoff und/oder Sauerstoff und/oder Methan. Damit lassen sich in Verbindung mit einem metallischen Sputtertarget Nitride, Oxide oder Karbide als
25 dünne Schicht auf dem Substrat abscheiden.

Als metallisches Target eignet sich insbesondere eine auf dem Hilfssubstrat abgeschiedene Metallschicht von weniger als 100 Nanometern, besonders bevorzugt eine Schicht von weniger als 10 Nanometer dicke. Aus S. Berg, J. Vac. Sci.
30 Technol. A 10 (1992), S. 1592-1596 ist bekannt, dass die

Sputterrate von Materialien mit implantierten Schweratomen im Vergleich zur Sputterrate des reinen Materials eine deutliche Überhöhung aufweist. Somit können mit der erfindungsgemäßen Magnetron-Beschichtungsanlage auch bei

5 Betriebszuständen außerhalb des Transition Modes hohe Abscheideraten erzielt werden. Für Materialien mit hohem Brechungsindex, wie z.B. Titandioxid, erlaubt die erfindungsgemäße Vorrichtung die Beschichtungsrate um mehr als 50% zu steigern.

10 Eine besonders hohe Steigerung der Beschichtungsrate ergibt sich demnach dann, wenn die mittels des ersten Magnetrons abgeschiedene Metallschicht eine größere Massenzahl aufweist, als die durchschnittliche Massenzahl des Materials des Hilfssubstrates. So ist beispielsweise die Sputterrate

15 einer 2 nm dicken Schicht Wolfram auf einem Hilfssubstrat aus Aluminium bis zu einem Faktor 3 größer als die Sputterrate eines homogenen Wolframtargets.

Das zweite Magnetron kann, wie aus dem Stand der Technik bekannt, als Einzelmagnetron mit Gleichspannung oder mit

20 gepulster Gleichspannung betrieben werden. Vorteilhafterweise wird jedoch die erfindungsgemäße Vorrichtung als Doppelmagnetron mit einer Wechselspannung von etwa 10 kHz bis etwa 100 kHz betrieben. Besonders vorteilhaft ist der Betrieb mit einer Frequenz von 40 kHz. Beim Betrieb als

25 Doppelmagnetron werden zwei der in Figur 1 gezeigten Anordnungen mit den Polen einer Wechselspannungsquelle verbunden. Damit wird jedes Hilfssubstrat abwechselnd als Anode und Kathode geschaltet. Durch den abwechselnden Elektronenbeschuss der Hilfssubstrate erfolgt eine effektive

30 Einigung der Oberflächen der Hilfssubstrate. Dies vergrößert wunschgemäß die Prozessstabilität. Weiterhin führt der

Betrieb von mindestens zwei Hilfssubstraten als Doppelmagnetron zu einer größeren Plasmadichte und damit wunschgemäß zu verbesserten Schichteigenschaften.

Die erfindungsgemäße Magnetronbeschichtungsanlage bietet
5 somit erstmals die Möglichkeit, mit Hilfe der eingebauten Messtechnik das Erreichen einer vorgegebenen Schichtdicke auf einfachem Wege zu überwachen. Mit Hilfe dieser Technologie können auch große In-line Sputveranlagen mit einer Vielzahl von Beschichtungsstationen realisiert werden,
10 welche mit den bisher verfügbaren Regelungsverfahren und optischen Diagnosesystemen nicht handhabbar waren.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand einer Figur beispielhaft erläutert.

Figur 1 zeigt den schematischen Aufbau eines Magnetron-
15 beschichtungsmoduls gemäß der vorliegenden Erfindung.

Die Figur zeigt in ihrem zentralen Teil ein zylindrisches Hilfssubstrat 2, welches um seine Längsachse rotiert. Unterhalb des zylindrischen Hilfssubstrates ist das zu beschichtende Substrat 1 angeordnet. Bei diesem Substrat
20 kann es sich beispielsweise um Architekturglas handeln. Das Substrat 1 wird unterhalb der Beschichtungsanlage hindurch bewegt. Durch eine an das Hilfssubstrat 2 angelegte Spannung wird im Bereich 3 zwischen dem Hilfssubstrat 2 und dem Substrat 1 Plasma gezündet. Das Hilfssubstrat bildet somit
25 eine Stabkathode, von welcher Material abgesputtert wird, welches das als Anode geschaltete Substrat 1 beschichtet. Im Bereich 3 befindet sich eine Mischung aus Inert- und Reaktivgas, welche die Abscheidung einer mehrkomponentigen Schicht erlaubt. Auf der entgegengesetzten Seite des
30 Hilfssubstrates 2 befindet sich ein planares Magnetron 5 in

einer Abschirmung 4. In diesem Fall ist das Hilfssubstrat 2 als Anode geschaltet, welche im Plasmabereich 7 mit Material der planaren Sputterkathode 5 beschichtet wird. Die Gasphase im Bereich 7 enthält ausschließlich Inertgas, so dass die Abscheiderate im Bereich 7 aus den bekannten Sputterraten und den elektrischen Parametern bestimmbar ist. Die Beschichtungsrate auf dem Substrat 1 ergibt sich aus der Massenbilanz am Hilfssubstrat 2. Neben der bekannten Beschichtungsrate im Bereich 7 wird hierzu noch die Massenbelegung nach dem Sputterprozess im Bereich 3 benötigt. Hierzu befindet sich eine Einrichtung zur Bestimmung der Röntgenfloreszenz 6 hinter der Plasmazone 3. Die Einrichtung 6 enthält dabei eine Röntgenquelle zur Bestrahlung des Hilfssubstrates 2 und einen Fotodetektor zur Bestimmung der vom Hilfssubstrat reflektierten Röntgenstrahlung.

Patentansprüche

1. Magnetron-Beschichtungsanlage, bestehend aus
 - einer ersten Beschichtungsquelle (5)
 - 5 • einem Hilfssubstrat (2), angeordnet zwischen dieser ersten Beschichtungsquelle und dem Bereich, welcher zur Aufnahme des zu beschichtenden Substrates (1) vorgesehen ist
 - ein Magnetron (3), wobei das Hilfssubstrat (2) eine
 - 10 Kathode für dieses Magnetron bildet
 - Mittel zur Bestimmung der Massenbelegung (6) des Hilfssubstrates (2).
2. Magnetron-Beschichtungsanlage nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Hilfssubstrat zylinderförmig
- 15 ausgebildet und das Magnetron ein Stabkathodenmagnetron ist.
3. Magnetronbeschichtungsanlage nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die erste Beschichtungsquelle ein planares Magnetron ist.
- 20 4. Magnetronbeschichtungsanlage nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die erste Beschichtungsquelle eine Abschirmung (4) aufweist.
5. Magnetronbeschichtungsanlage nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittel zur
- 25 Bestimmung der Massenbelegung (6) eine Einrichtung zur Bestimmung der Röntgenfloureszenz enthalten.
6. Magnetronbeschichtungsanlage nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Magnetron (2,3)

mehrere Kathoden aufweist, welche jeweils ein Hilfssubstrat (2) enthalten.

- 5 7. Verfahren zur Abscheidung dünner Schichten, bei welchem mittels einer ersten Beschichtungsquelle eine Schicht auf ein Hilfssubstrat abgeschieden und dieses Hilfssubstrat als Kathode zur Beschichtung eines Substrates mittels eines Magnetrons verwendet und die Massenbelegung des Hilfssubstrates bestimmt wird.
- 10 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die abgeschiedene Schichtdicke auf dem Hilfssubstrat weniger als 100 nm beträgt.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die abgeschiedene Schichtdicke auf dem Hilfssubstrat weniger als 10 nm beträgt.
- 15 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die abgeschiedene Schicht eine Metallschicht ist.
- 20 11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Metallschicht überwiegend aus einem Element besteht, welches eine größere Massenzahl aufweist als die durchschnittliche Massenzahl des Materials des Hilfssubstrates.
- 25 12. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der Betrieb des ersten Magnetrons mit Inertgas und der Betrieb des zweiten Magnetrons mit Inert- und/oder Reaktivgas erfolgt.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Inertgas Argon enthält und/oder das Reaktivgas Stickstoff und/oder Sauerstoff und/oder Methan enthält.

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Massenbelegung auf dem Hilfstarget bestimmt wird, nachdem dieses als Kathode zur Beschichtung eines Substrates mittels eines zweiten
5 Magnetrons verwendet wurde.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Massenbelegung des Hilfstargets mittels Röntgenfluoreszenz bestimmt wird.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass das Magnetron (2,3) mit Gleichspannung oder gepulster Gleichspannung betrieben wird.
10
17. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass das Magnetron (2,3) als mehrere Kathoden aufweisendes Magnetron mit einer Frequenz von
15 etwa 10 kHz bis etwa 100 kHz betrieben wird.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass auf dem Substrat eine Schicht abgeschieden wird, welche Titandioxid enthält.

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft eine Magnetronbeschichtungsanlage, bestehend aus einer ersten Beschichtungsquelle, einem Hilfssubstrat, einem Magnetron sowie Mitteln zur Bestimmung
5 der Massenbelegung des Hilfssubstrates. Das Hilfssubstrat ist dabei zwischen der ersten Beschichtungsquelle und dem Bereich, welcher zur Aufnahme des zu beschichteten Substrates vorgesehen ist angeordnet und bildet eine Kathode für das Magnetron. Die Erfindung betrifft weiterhin ein
10 Verfahren zur Abscheidung dünner Schichten, bei welchem mittels einer ersten Beschichtungsquelle eine Schicht auf ein Hilfssubstrat abgeschieden wird und dieses Hilfssubstrat als Kathode zur Beschichtung eines Substrates mittels eines Magnetrons verwendet und die Massenbelegung des Hilfs-
15 substrates bestimmt wird.

Hierzu Figur 1.

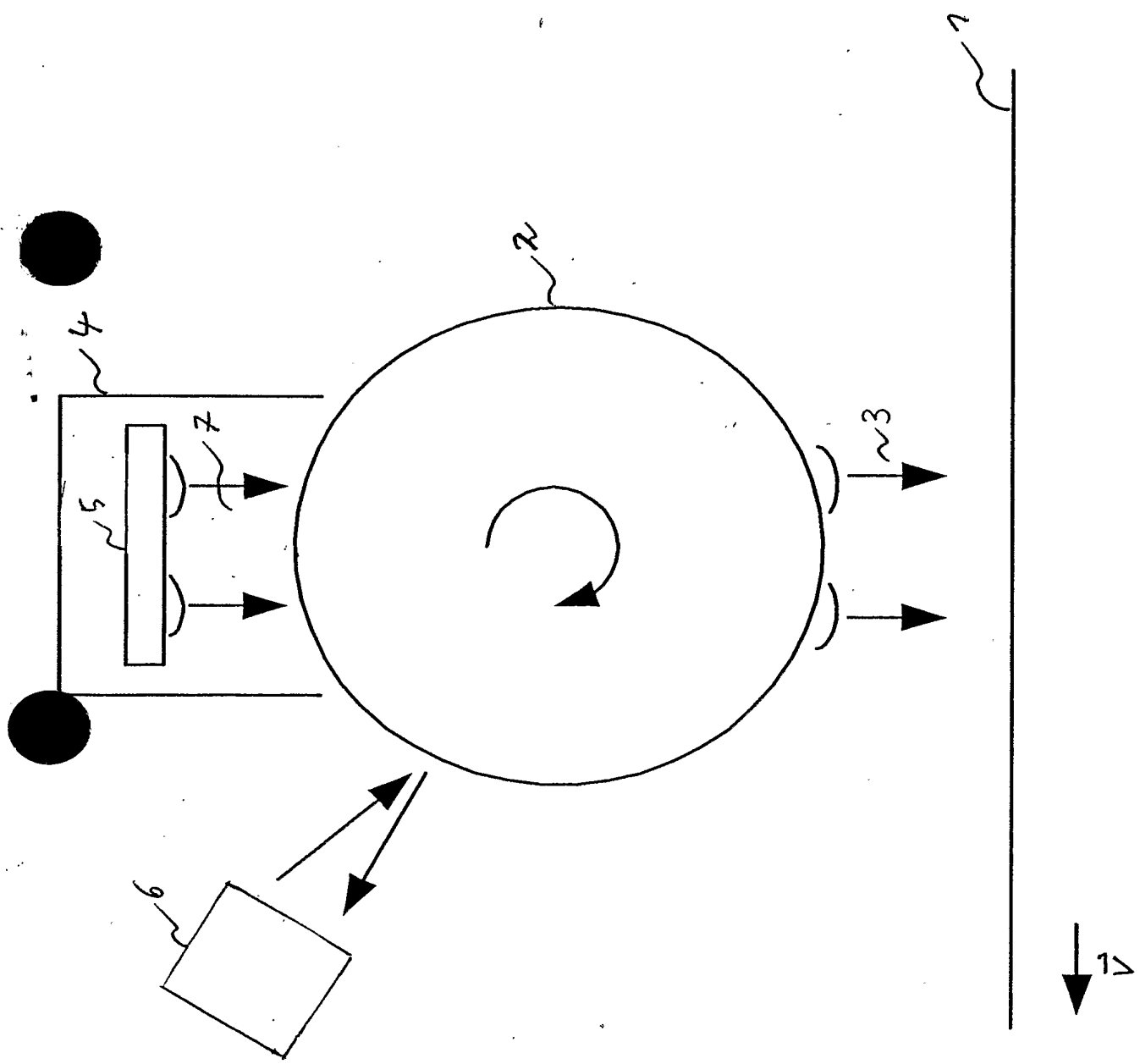


Fig. 1